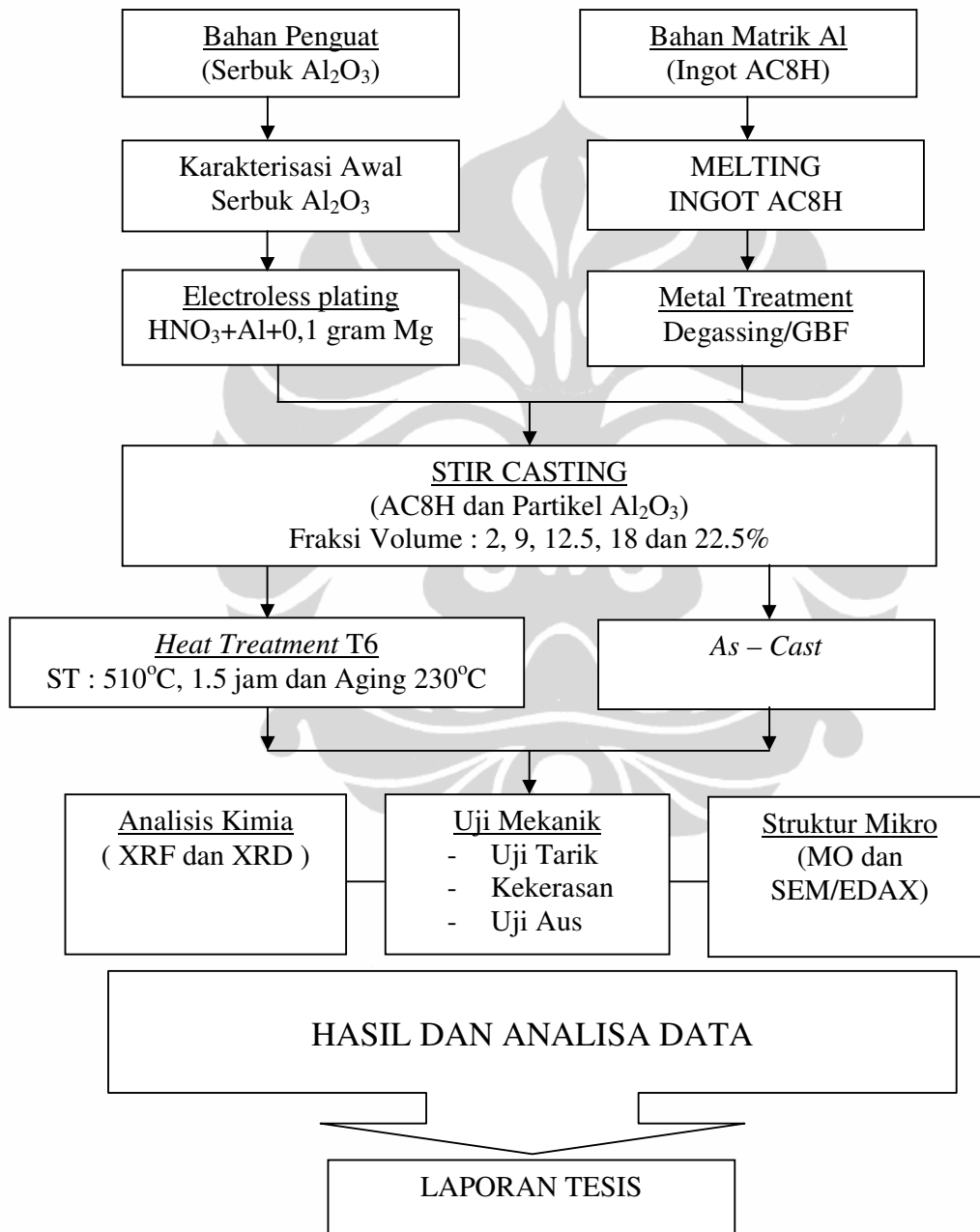


BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Tahapan penelitian ini dapat digambarkan dalam diagram penelitian dibawah ini.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

3.2 Persiapan Awal

Persiapan awal yang dilakukan meliputi pembelian / pengadaan bahan utama seperti ingot AC8H, partikel Al_2O_3 , larutan HNO_3 , serbuk Al, dan serbuk Mg. Pengecekan kondisi alat bantu percobaan dan pengujian serta proses *electroless plating*.

3.2.1 Penandaan Sampel Uji

Sampel komposit Al/ Al_2O_3 _p hasil proses *stir casting* dilakukan pengkodean guna memudahkan pengujian dan analisis hasil uji. Masing-masing sampel uji diberi kode seperti pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1. Penandaan / Kode Sampel Uji

Kode Sampel	Penjelasan
A0	Sampel AC8H tanpa partikel Al_2O_3
A1	Sampel komposit as-cast dengan penambahan 2% partikel Al_2O_3
A2	Sampel komposit as-cast dengan penambahan 9% partikel Al_2O_3
A3	Sampel komposit as-cast dengan penambahan 12,5% partikel Al_2O_3
A4	Sampel komposit as-cast dengan penambahan 18% partikel Al_2O_3
A5	Sampel komposit as-cast dengan penambahan 22,5% partikel Al_2O_3
A0-3	Sampel tanpa partikel Al_2O_3 pasca aging 3 jam
A1-3	Sampel komposit 2% partikel Al_2O_3 pasca aging 3 jam
A2-3	Sampel komposit 9% partikel Al_2O_3 pasca aging 3 jam
A3-3	Sampel komposit 12,5% partikel Al_2O_3 pasca aging 3 jam
A4-3	Sampel komposit 18% partikel Al_2O_3 pasca aging 3 jam
A5-3	Sampel komposit 22,5% partikel Al_2O_3 pasca aging 3 jam
A4-1	Sampel komposit 18% partikel Al_2O_3 pasca aging 1 jam
A4-5	Sampel komposit 18% partikel Al_2O_3 pasca aging 5 jam
A4-7	Sampel komposit 18% partikel Al_2O_3 pasca aging 7 jam
A5-1	Sampel komposit 22,5% partikel Al_2O_3 pasca aging 1 jam
A5-5	Sampel komposit 22,5% partikel Al_2O_3 pasca aging 5 jam
A5-7	Sampel komposit 22,5% partikel Al_2O_3 pasca aging 7 jam

3.2.2 Persiapan Bahan

Material yang digunakan sebagai matrik adalah paduan aluminium AC8H yang diperoleh dari PT.X. Material AC8H ini digunakan dalam bentuk ingot dan merupakan bahan baku komponen piston kendaraan roda dua. Sedangkan untuk bahan penguatnya adalah partikel Al_2O_3 (97,1%) dengan ukuran 220 mesh. Bahan utama untuk proses perlakuan awal partikel penguat yaitu proses *electroless plating* adalah larutan HNO_3 65%, serbuk Al, dan serbuk Mg 0,1 gram

3.2.3 Peralatan Percobaan dan Pengujian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terbagi atas tiga bagian, yaitu peralatan yang digunakan untuk proses pelapisan partikel Al_2O_3 , peralatan yang digunakan untuk proses *stir casting* komposit Al/ Al_2O_3 , peralatan untuk perlakuan panas dan yang terakhir adalah peralatan untuk karakterisasi/pengujian sampel hasil *stir casting*. Peralatan untuk proses *electroless plating* adalah *magnetic stirrer*, *stirrer bar*, timbangan analitik, lebu erlenmeyer 2000 ml dan furnace untuk pengeringan dan oksidasi serbuk Al_2O_3 . Untuk proses *stir casting* menggunakan peralatan sebagai berikut : *Melting Furnace*, *Holding furnace*, ladle kapasitas 5 Kg, alat GBF, motor pengaduk, batang pengaduk dari bahan SS 304, cetakan dan peralatan dukung lainnya seperti *skimmer*, *kaowool*, tank penjepit dan lain sebagainya. Proses perlakuan panas menggunakan tungku Carbolite dengan lingkungan atmosfer. Sedangkan peralatan untuk pengujian adalah sbb :

1. XRF untuk uji komposisi kimia
2. XRD untuk analisis fasa
3. Mikroskop optik untuk analisa struktur mikro
4. SEM dan EDAX untuk mikrograf permukaan dan komposisi kimia mikro
5. Makro Hardness Dia Testor 2 untuk uji kekerasan makro brinell
6. Alat uji tarik
7. Alat uji keausan
8. Gelas ukur, timbangan analitik untuk uji porositas

3.3 Perlakuan Awal Partikel Al_2O_3

Pada umumnya partikel keramik termasuk Al_2O_3 sulit dibasahi oleh logam Al. Salah satu metode untuk meningkatkan mampu basahnya (*wettability*) aluminium terhadap penguat Al_2O_3 yaitu dengan merekayasa permukaan partikel

Al_2O_3 dengan metoda *electroless plating* dalam larutan elektrolit HNO_3 yang dicampur dengan logam Mg dan Al sehingga menimbulkan oksida logam tipis, yang berperan sebagai pengikat. Penggunaan metoda *electroless plating* untuk membentuk oksida pada permukaan Al_2O_3 merupakan alternatif yang mudah dan tidak menggunakan temperatur tinggi. Pelapisan oksida logam metastabil pada permukaan partikel keramik seperti SiC, B_4C , Al_2O_3 atau materi keramik yang lain dapat meningkatkan keterbasahan dengan bahan logam. Adapun tahapan untuk proses *electroless plating* terhadap partikel Al_2O_3 yaitu pembersihan permukaan partikel Al_2O_3 , pembuatan larutan HNO_3 , proses *electroless plating* dan proses oksidasi.

3.3.1 Pembersihan Permukaan Partikel Al_2O_3

Serbuk Al_2O_3 dibersihkan dengan cara menuangkan cairan alkohol dengan konsentrasi 70% ke dalam tabung gelas ukur 500 ml, selanjutnya serbuk Al_2O_3 dimasukkan dalam gelas ukur tersebut dan dilakukan pembersihan selama 30 menit dengan menggunakan alat *ultrasonic cleaner*. Proses tersebut dilakukan secara berulang sampai kondisi cairan alkohol bening. Setelah proses pembersihan dilakukan, serbuk Al_2O_3 dikeringkan menggunakan *furnace* dengan temperatur 100°C sampai kering sempurna.

3.3.2 Pembuatan Larutan Media Elektrolit

Larutan dibuat dengan mencampurkan larutan HNO_3 (40 ml) konsentrasi 65% dengan serbuk aluminium (0,5 gr) atau 0,018 mol dan serbuk Mg (0,1 gr) atau 0,004 mol. Pembuatan larutan ion Al dan Mg tersebut yaitu mencampurkan larutan HNO_3 dengan serbuk Al diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai merata, kemudian Mg dimasukkan secara perlahan sambil diaduk (keluar asap kecoklatan) sampai merata. Semakin banyak Mg yang dimasukkan dalam larutan elektrolit tersebut, maka larutan cenderung berwarna kecoklatan.

3.3.3 Proses Pelapisan Partikel Al_2O_3 ^[9]

Proses pelapisan serbuk Al_2O_3 menggunakan metode *electroless plating*, menggunakan larutan ion Al dan Mg yang terlarut dalam larutan HNO_3 . Serbuk Al_2O_3 yang telah disiapkan lalu dimasukkan dalam larutan elektrolit yang telah disiapkan. Serbuk Al_2O_3 dan larutan elektrolit diaduk dengan *magnetic stirrer*

pada temperatur 100°C sekitar 1 jam sampai larutan agak mengering. Percobaan *electroless plating* dan peralatannya dapat diperlihatkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Proses *electroless plating* logam Mg terhadap partikel Al_2O_3

3.3.4 Proses Oksidasi Partikel Al_2O_3

Serbuk Al_2O_3 yang telah di-*electroless plating* lalu dikeringkan dan dioksidasi dalam furnace pada suhu 200°C selama 1 jam dan dilanjutkan pada temperatur 400°C selama 2 jam, dengan tujuan membentuk fasa spinel MgAl_2O_4 dan oksida logam lainnya seperti MgO pada permukaan serbuk Al_2O_3 .

3.4. Proses Peleburan Dan Stir Casting

Proses *stir casting* merupakan salah satu proses pembuatan komposit melalui fasa cair. Paduan AC8H yang akan digunakan sebagai matrik dilebur dalam *melting furnace* dan dimasukkan partikel penguat Al_2O_3 lalu diaduk secara mekanik menggunakan batang pengaduk dengan kecepatan dan waktu tertentu hingga merata.

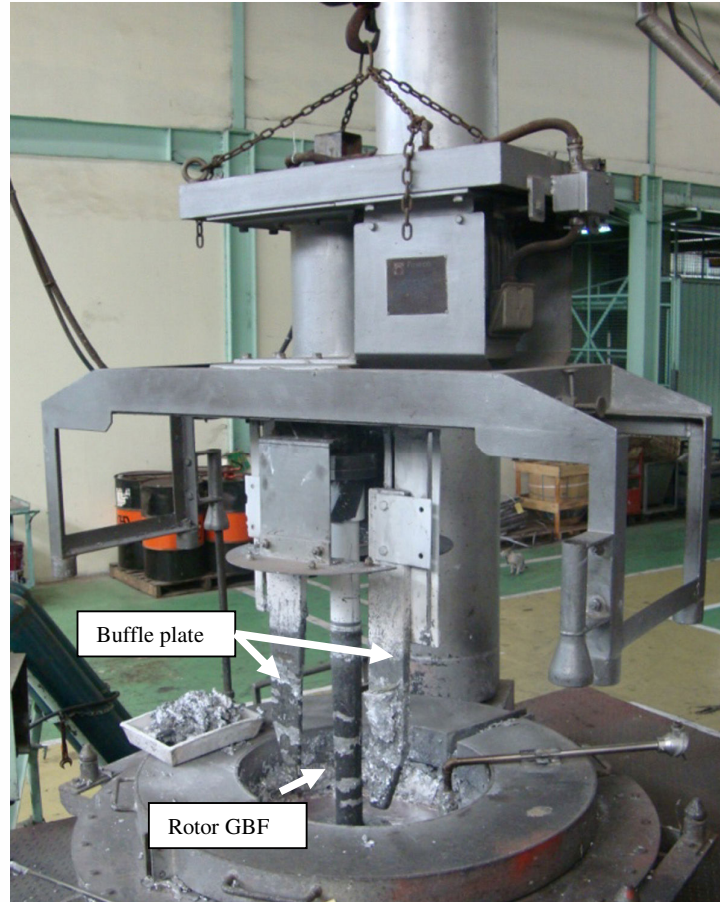
Tahapan proses *stir casting* adalah sebagai berikut :

1. Peleburan ingot AC8H dilakukan didalam *melting furnace* lalu ditranfer ke *holding furnace* (Gambar 3.4) untuk persiapan proses *metal treatment* dan stir casting.



Gambar 3.3. Holding furnace

2. Logam cair AC8H yang ada didalam *holding furnace* dijaga temperaturnya sekitar 700 - 720°C sebelum dilakukan proses *metal treatment* seperti proses GBF untuk membuang gas terlarut dalam logam cair.
3. Proses *Gases Buble Filtration* (GBF) yang ditunjukkan pada Gambar 3.5 dilakukan menggunakan batang pengaduk dari grafit yang dialirkan gas argon UHP selama sekitar 10 menit. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan gas terutama gas hidrogen yang larut dalam logam cair sehingga hasil casting bebas dari cacat casting seperti *gas hole*, *porositas* dan *pin hole*.



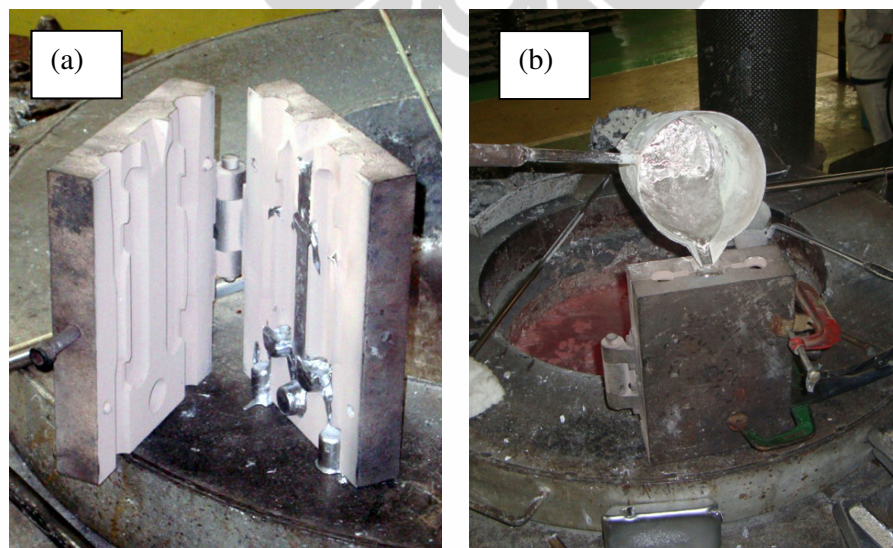
Gambar 3.4. Proses *degassing* dengan rotor GBF

4. Logam cair yang telah di GBF lalu dituang kedalam ladle kapasitas 5 Kg sekitar 2 Kg dan diletakkan diatas holding furnace untuk proses stir casting.
5. Logam cair yang ada didalam ladle lalu diaduk menggunakan batang pengaduk yang telah dicoating dan dipanaskan dengan kecepatan sekitar 500-700 rpm hingga terbentuk pusaran (*vortex*), lalu partikel Al_2O_3 yang telah dipanaskan dimasukkan secara perlahan dan sedikit demi sedikit kedalam logam cair dengan fraksi volume yang berbeda yaitu dari 2, 9, 12.5, 18 dan 22.5%. Pengadukan terus berlangsung secara kontinue hingga semua partikel Al_2O_3 masuk dan bercampur merata dalam logam cair.



Gambar 3.5. Proses Pengadukan / *Stir Casting*

6. Proses pengadukan dilakukan berulang terutama untuk fraksi volume 18 dan 22.5% hingga partikel Al_2O_3 telah tercampur dengan baik dalam logam cair.
7. Setelah partikel Al_2O_3 terdispersi merata dalam logam cair, lalu dituang ke dalam cetakan spesimen uji tarik (Gambar 3.6.a) yang telah dicoating dan dipanaskan terlebih dahulu dalam *burner* dengan suhu cetakan dijaga sekitar 420°C . Penuangan dijaga pada suhu sekitar $700 - 720^\circ\text{C}$. Penuangan dengan *gravity casting* ditunjukkan pada Gambar 3.6.b.



Gambar 3.6. Cetakan spesimen uji tarik dan penuangan. (a) cetakan (b) penuangan

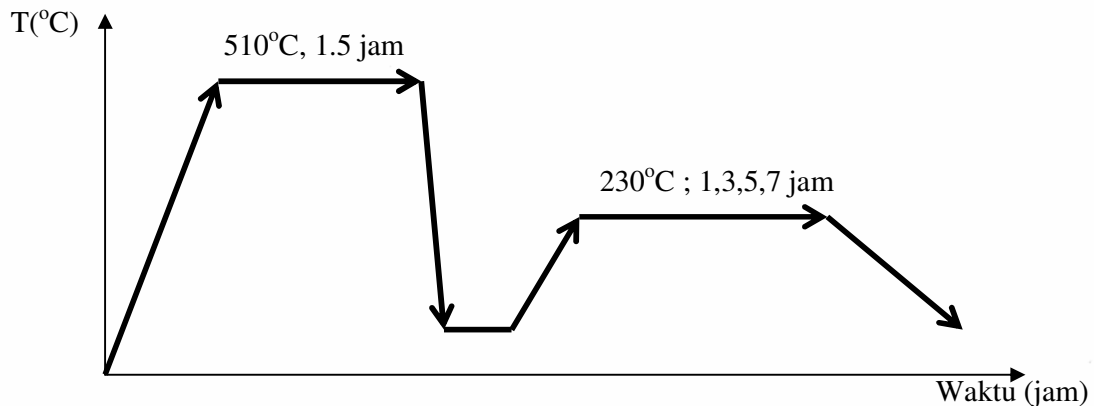
8. Setelah penuangan selesai, selanjutnya tunggu beberapa saat sekitar 30 menit untuk pembongkaran komposit dari cetakan. Hasil proses *gravity casting* komposit dengan bentuk spesimen uji tarik diperlihatkan pada Gambar 3.7



Gambar 3.7. Produk spesimen uji tarik

3.5 Perlakuan Panas T6 (*artificial aging*)

Sampel komposit Al/Al₂O₃ hasil *stir casting* sebagian di laku panas menggunakan furnace merek Naberterm. Perlakuan panas yang dilakukan adalah *artificial aging* (T6) dengan variasi waktu 1,3,5 dan 7 jam yang ditunjukkan pada Gambar 3.8. Untuk perlakuan panas dengan waktu aging 1,3,5 dan 7 jam hanya pada sampel A4 dan A5. Sedangkan untuk sampel A0, A1, A2, A3, A4 dan A5 dilakukan *artificial aging* dengan waktu 3 jam



Gambar 3.8. Diagram tahapan proses *artificial aging* (T6)

Sampel komposit pertama-tama dilakukan proses *solution treatment*, yaitu proses pemanasan pada suhu 510°C selama 1,5 jam lalu didinginkan cepat (*quenching*) dalam media air suhu 50-70°C selama 10 menit. Proses *solution treatment* ini dilakukan untuk mendapatkan fasa tunggal yang lewat jenuh. Setelah itu sampel langsung dipanaskan kembali pada suhu 230 °C (*artificial aging*) dengan waktu 1, 3, 5 dan 7 jam lalu didinginkan lambat diudara. Pada pemanasan tahap kedua ini akan dihasilkan endapan (*presipitat*) yang terdistribusi dalam matrik Al yang dapat meningkatkan kekerasan dan kekuatan bahan komposit.

3.6 Pengujian / Karakterisasi

Pada partikel Al₂O₃ sebelum dan sesudah *electroless plating* dilakukan uji morfologi permukaan dengan SEM dan XRD. Sedangkan untuk sampel hasil stir casting dilakukan pengujian yang meliputi uji komposisi kimia, porositas, struktur mikro dan mekanik. Sedangkan untuk sampel yang di *heat treatment* hanya dilakukan pengujian struktur mikro dan kekerasan. Sampel untuk pengujian-pengujian tersebut dipotong dari produk stir casting sampel uji tarik yaitu pada jarak 1 cm dari ujung bawah spesimen uji tarik.

3.6.1 Uji Komposisi Kimia

Pengujian komposisi kimia terhadap komposit hasil *stir casting* dilakukan untuk mengetahui kadar unsur dalam bahan tersebut. Pengujian ini dilakukan menggunakan alat XRF yang ada di Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir – Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTBN – BATAN).

3.6.2 Pengujian Struktur Mikro Dengan Mikroskop Optik

Pengujian dengan menggunakan mikroskop optik bertujuan untuk mengetahui distribusi partikel alumina dalam matrik dan struktur mikro yang dihasilkan untuk masing-masing parameter sampel uji. Sebelum dilakukan pengamatan dengan mikroskop optik, maka sampel uji harus melalui serangkaian tahapan preparasi metalografi. Adapun tahapan preparasi metalografi adalah sebagai berikut^[31] :

1. Pemotongan sampel sesuai dengan kebutuhan menggunakan *abrasive cutting*.
2. Pengamplasan yaitu proses penghalusan permukaan sampel secara bertahap dengan menggunakan kertas amplas dengan ukuran dari #320, #500, #800, #1200, #2000 sampai #2400 hingga permukaan sampel rata dan halus. Pada

saat penggantian kertas amplas dengan ukuran yang lebih halus maka arah gesekan harus di putar 90° .

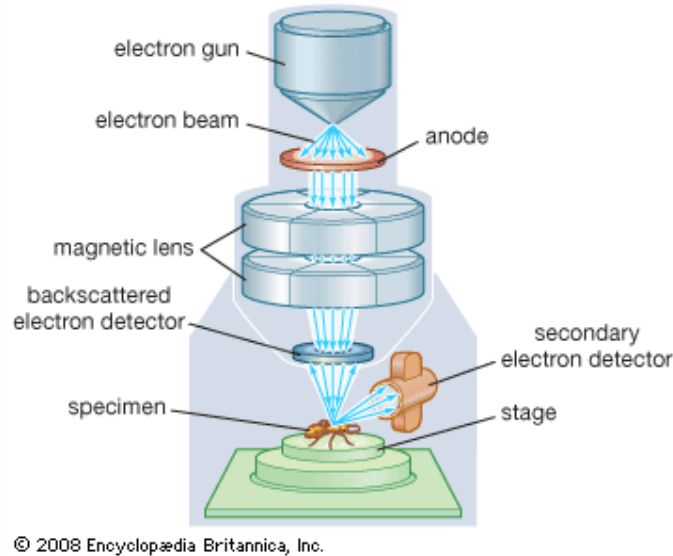
3. Pemolesan. Pada tahapan ini tujuannya adalah menghilangkan goresan halus yang masih ada setelah pengamplasan halus. Prosesnya hampir sama dengan pengamplasan, hanya untuk pemolesan digunakan kain poles khusus untuk pemolesan dan partikel abrasif yang digunakan adalah pasta alumina atau pasta intan dengan ukuran sesuai kebutuhan. Sebagai hasil akhir pemolesan adalah permukaan sampel halus dan kilap tanpa goresan.
4. Pengetsaan (*Etching*). Pengetsaan adalah pengikisan permukaan secara selektif dengan mereaksikan dengan larutan kimia tertentu yang mengakibatkan permukaan sampel mengalami pemantulan cahaya berbeda-beda pada saat diamati menggunakan mikroskop. Dalam pengetsaan perlu diperhatikan kondisi permukaan sampel (tidak ada goresan dan bersih), cara, waktu pengetsaan dan larutan yang dipakai. Larutan etsa yang digunakan dalam hal ini adalah Keller's Reagen yang terdiri dari campuran 2,5 ml HNO_3 , 1,0 ml HCl , 1,5 ml HF dan 95 ml air destilasi^[31]. Caranya dengan dicelup selama 10 – 20 detik. Ada beberapa cara pengetsaan, yaitu dengan pencelupan sampel ke dalam larutan etsa (*immersion*), dengan diusapkan larutan etsa pada sampel (*swab*) dan *electrochemical etching*. Setelah pengetsaan selesai, maka sampel segera dicuci atau dibilas dengan air mengalir untuk menghindari proses pengetsaan berkelanjutan (*over etch*), kemudian dibilas lagi dengan etanol dan dikeringkan.

Preparasi metalografi dan pengamatan struktur mikro dilakukan di laboratorium PTBN – BATAN. Pengujian struktur mikro menggunakan mikroskop optik dengan metode *bright field illumination* dan dilakukan dengan perbesaran 50, 100, 200 dan 500 kali untuk setiap kondisi.

3.6.3 Pengamatan Dengan SEM dan EDS

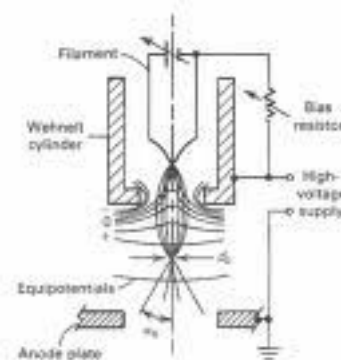
Scanning elektron microscope (SEM) adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang dapat mengamati dan menganalisis karakteristik struktur mikro dari bahan padat yang konduktif maupun non-konduktif yang sistem pencahayaannya menggunakan radiasi elektron dengan panjang gelombang, 200 – 0,1 Å, resolusi tinggi sekitar 5 nm sehingga dapat dicapai perbesaran sekitar 100.000 – 300.000

kali dan menghasilkan gambar atau bayangan yang tampak seperti 3 dimensi karena mempunyai *depth of field* tinggi. Dengan demikian SEM mampu menghasilkan gambar yang lebih baik dibanding mikroskop optik (MO). Pada prinsipnya SEM terdiri dari kolom elektron, ruang sampel, sistem pompa vakum, kontrol elektron dan sistem bayangan seperti ditunjukkan pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9. Ilustrasi sistem pembentukan bayangan pada SEM

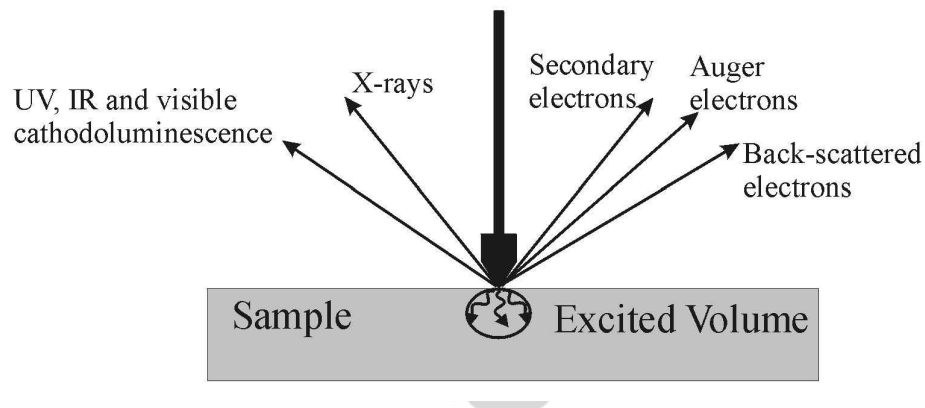
Didalam kolom elektron terdapat penembak elektron dan serangkaian lensa elektromagnetik. Penembak elektron terdiri dari katoda, yaitu filamen berbentuk V yang biasanya dibuat dari bahan tungsten (W) atau lanthanum hexaboride (LaB6) dan anoda serta silinder Wehnelt yang dapat diperlihatkan pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10. Penembak elektron (*electron gun*)^[32]

Penembak elektron ini adalah untuk menghasilkan elektron didalam suatu volume tertentu dengan penyebaran kecil dan energi yang dipilih. Dengan mengatur arus filament mengakibatkan filament panas dan terjadi pelepasan elektron berdasarkan pancaran termionik. Penyekat wehnelt dan anoda secara efektif berfungsi untuk menyempitkan diameter berkas elektron pada suatu titik yang disebut *cross over*. *Cross over* ini digunakan sebagai sumber (objek) bagi perangkat demagnetisasi. Perangkat demagnetisasi terdiri atas gabungan lensa-lensa elektromagnetis yang digunakan untuk memfokuskan berkas elektron menjadi sangat kecil pada saat mencapai sampel.

Berkas elektron yang datang ke permukaan sampel akan berinteraksi dan menghasilkan berbagai macam sinyal yang terjadi secara serempak. Sinyal-sinyal tersebut diantaranya adalah hamburan elektron (*elektron scattering*) yang dibedakan menjadi hamburan elastis (*elastic scattering*) dan hamburan non elastis (*inelastic scattering*), sinar X dan foton yang ditunjukkan pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11. Interaksi berkas elektron dengan material^[32]

Hamburan elastik yang ditimbulkan akibat adanya tumbukan berkas elektron dengan inti atom sampel tanpa perubahan energi, yang disebut sebagai elektron terhambur balik (*back scatter elektron*, BSE). Untuk bahan sampel yang mempunyai nomor atom (Z) tinggi kemungkinan terjadi BSE cenderung lebih tinggi dibanding pada bahan dengan nomor atom rendah. Pada tampilan mikroskop SEM, bayangan BSE memberikan perbedaan warna area berdasarkan nomor atom, karena setiap area menunjukkan perbedaan tingkat kontras, area yang lebih terang menunjukkan area yang bernomor atom tinggi, sedangkan area yang lebih gelap menunjukkan nomor atom rendah.

Hamburan non-elastik ditimbulkan akibat adanya tumbukan elektron primer dengan elektron sampel, terjadi perpindahan energi berkas elektron primer ke atom dan elektron sampel sehingga terjadi penurunan energi kinetik dari berkas elektron dan menghasilkan sinyal-sinyal untuk digunakan analisis mikro. Sinyal-sinyal tersebut adalah elektron sekunder (*secondary elektron*, SE), elektron auger, sinar-X kontinu atau 'bremsstrahlung', dan sinar-X karakteristik.

Elektron sekunder adalah elektron yang dipancarkan dari sampel akibat interaksi berkas elektron primer dengan elektron – elektron pada pita penghantar benda uji. Interaksi ini hanya menghasilkan perpindahan energi yang relative rendah (sekitar 3-5 eV) ke elektron pita penghantar. Karena elektron sekunder ini memiliki energi rendah maka elektron tersebut dapat dibelokkan membentuk sudut dan menimbulkan bayangan topografi (struktur permukaan). Pada waktu elektron primer men-*scan* ke permukaan sampel akan menghasilkan elektron sekunder dari satu area permukaan sampel dan memberikan informasi dalam bentuk bayangan.

Sinar-X karakteristik dihasilkan selama de-eksitasi atom yang diikuti eksitasi elektron dari kulit dalam akibat interaksi berkas elektron yang berenergi. Berkas elektron yang mempunyai energi tertentu akan mengusir kulit dalam K, L atau M untuk meninggalkan atom dalam bentuk ion (*ionisasi*). Setelah terjadi ionisasi akan terjadi relaksasi atom yaitu terjadinya perpindahan antar kulit. Sinar-X karakteristik ini biasanya digunakan untuk analisis pemetaan, yaitu untuk melihat distribusi unsur dan kandungan bahan baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Untuk menentukan komposisi unsur sampel secara kualitatif maupun kuantitatif perlu satu perangkat alat yang dirangkai dengan SEM yaitu EDS (*energy dispersive X-ray spectroscopy*) atau WDS (*wavelength dispersive X-ray spectroscopy*).

Untuk mendapatkan bayangan yang baik, dalam pengoperasian SEM yang perlu diperhatikan beberapa parameter sebagai berikut :

1. *Accelerating voltage*, dipertimbangkan berdasarkan berat atom rata-rata sampel, untuk logam pada 25 – 30 keV, untuk sampel non konduktif yang dilapis bahan konduktif pada 10-20 keV dan untuk sampel non konduktif pada 2-5 keV.

2. *Spot size*, makin tinggi perbesaran maka semakin kecil spot size
3. *Working distance* (WD), untuk perbesaran tinggi maka WD lebih kecil.
4. Kemiringan yang tepat akan mendapatkan kumpulan sinyal data maksimum.

3.6.4 Pengujian Porositas

Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui porositas spesimen komposit hasil *stir casting*. Pengujian ini penting dilakukan mengingat pada saat penambahan partikel Al_2O_3 dan pengadukan dengan *stirrer* akan memicu timbulnya porositas akibat adanya gas terperangkap dan penyerapan gas hidrogen. Jika proses *stir casting* tidak dikontrol dengan baik maka porositas cenderung tinggi terutama untuk fraksi volume tinggi. Pengujiannya berdasarkan prinsip Hukum Archimides. Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM 378-88. Tahapan pengujian densitas dan porositas adalah sebagai berikut :

1. Penentuan berat kering (W_u), berat kering diperoleh dengan cara memanaskan sampel uji kedalam furnace pada suhu $105 - 110^\circ\text{C}$ selama 30 menit lalu ditimbang.
2. Penentuan berat basah (W_a), berat basah dalam air diperoleh dengan cara memasukkan sampel dalam air tanpa menyentuh dasar selama 30 menit lalu ditimbang.
3. Mencatat berat sampel dalam air (W_a) kemudian menghitung volume sampel tersebut dengan tersamaan sebagai berikut :

$$V = \frac{W_a}{D} \quad (3.1)$$

Dimana :

V = volume sampel (cm^3)

W_a = berat sampel dalam air (gram)

D = densitas air (gram/cm^3)

4. Perhitungan densitas teoritis dan hasil eksperimen

Persamaan untuk menghitung densitas teoritis (ρ_t) :

$$\rho_t = \frac{\rho_f V_f + \rho_m V_m}{V_f + V_m} \quad (3.2)$$

Persamaan untuk menghitung densitas eksperimen (ρ_D):

$$\rho_D = \frac{W_u}{V} \quad (3.3)$$

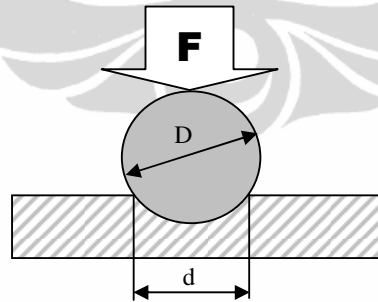
5. Perhitungan porositas (%P) berdasarkan densitas teoritis dan eksperimen.

Persamaan perhitungan porositas komposit :

$$\%P = \frac{(\rho_t - \rho_D)}{\rho_t} \times 100\% \quad (3.4)$$

3.6.5 Pengujian Kekerasan Makro

Kekerasan adalah sifat ketahanan bahan terhadap deformasi plastis, karena adanya gaya penekanan setempat pada permukaan dari material lain yang lebih keras. Penekanan tersebut dapat berupa mekanisme penggoresan (*scratching*), pantulan ataupun indentasi dari material keras terhadap suatu permukaan benda uji. Berdasarkan mekanisme tersebut maka dikenal 3 (tiga) metode uji kekerasan yaitu metode gores, metode pantul dan metode indentasi. Pengujian kekerasan yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah dengan metode indentasi. Adapun metode indentasi yang digunakan adalah metode Brinell.. pengujian kekerasan brinell dilakukan menggunakan bola baja yang diperkeras (*hardened steel ball*) dengan beban dan ukuran indenter tertentu. Ilustrasi dari pengujian kekerasan brinell ditunjukkan pada Gambar 3.12. Pengujian ini dilakukan di Laboratorium PTBN – BATAN menggunakan mesin uji kekerasan makro Dia Testor dengan merek Shrenck Treble.



Gambar 3.12. Skema penjejakan pada uji kekerasan makro

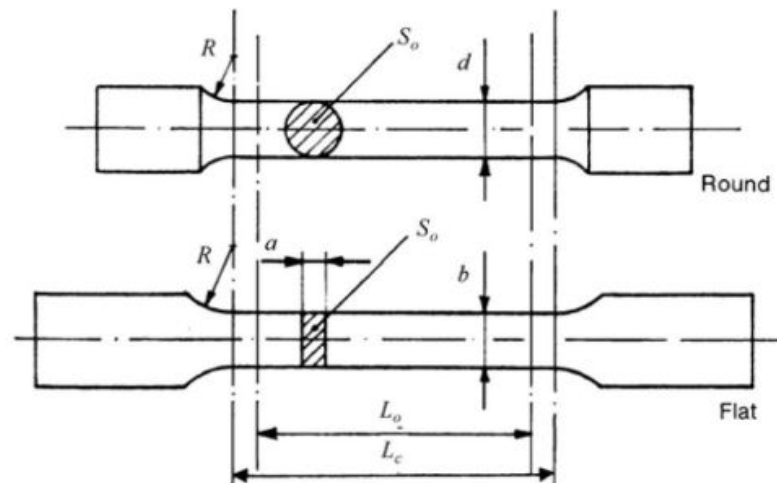
Indenter yang digunakan adalah diameter 2,5 mm dan beban penekanan sebesar 62,5 kgf. Hasil pengujian berupa jejak berbentuk lingkaran yang diukur diameter jejak (d) menggunakan mikroskop optik perbesaran 70X, kemudian dihitung kekerasannya dengan persamaan sebagai berikut^[20,21].

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (3.5)$$

Dimana : P = beban tekan (kgf)
 D = diameter indenter (mm)
 d = diameter jejak (mm)

3.6.6 Pengujian Tarik Uniaksial

Pengujian tarik adalah salah satu pengujian sifat mekanik yang sangat penting. Pengujian ini didasarkan atas prinsip pembebanan statis uniaksial terhadap bahan hingga putus. Melalui pengujian ini akan diperoleh sifat-sifat dari bahan seperti kekuatan luluh, kekuatan tarik dan elongasi. Pada Gambar 3.13 dibawah ini menunjukkan bentuk dan ukuran spesimen uji tarik. Bentuk dan ukuran spesimen uji tarik berdasarkan JIS Z2210 dengan gage length (L_0) 50 mm, diameter (d) 14 mm dan radius (r) >15 mm.



Gambar 3.13. Jenis-jenis spesimen uji tarik

Bila uji tarik dilakukan terhadap bahan maka akan terjadi deformasi elastis dan plastis. Deformasi elastis yaitu suatu perubahan bentuk yang segera hilang kembali menjadi bentuk semula apabila tersebut ditiadakan. Sedangkan deformasi plastis adalah deformasi atau perubahan bentuk akibat pembebanan uniaksial yang permanen, artinya terjadi perubahan bentuk yang tetap walaupun beban

ditiadakan. Parameter hasil uji tarik seperti elongasi dan kekuatan tarik dapat ditentukan dengan persamaan sebagai berikut :

✚ Regangan rekayasa (engineering strain), e :

$$e = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.6)$$

✚ Regangan sesungguhnya (true strain), ϵ :

$$\epsilon = \frac{\Delta L}{L_i} = \ln(e + 1) \quad (3.7)$$

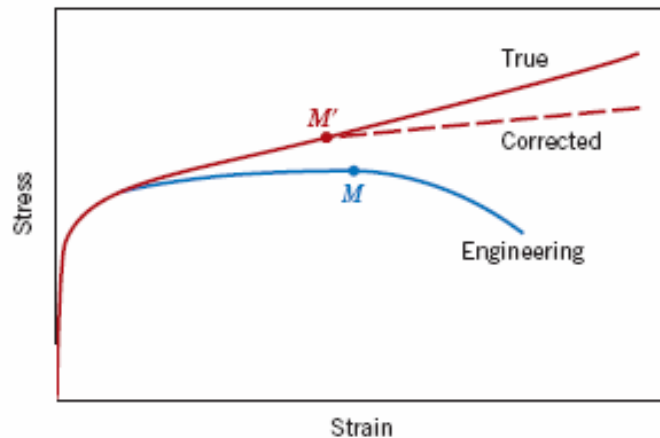
✚ Tegangan rekayasa (engineering stress), S :

$$S = \frac{P}{A_0} \quad (3.8)$$

✚ Tegangan sesungguhnya (true stress), σ :

$$\sigma = \frac{P}{A_i} = S(e + 1) \quad (3.9)$$

Dari hasil uji tarik dapat diperoleh kurva tegangan – regangan yang secara skematik dapat diperlihatkan seperti pada Gambar 3.14.

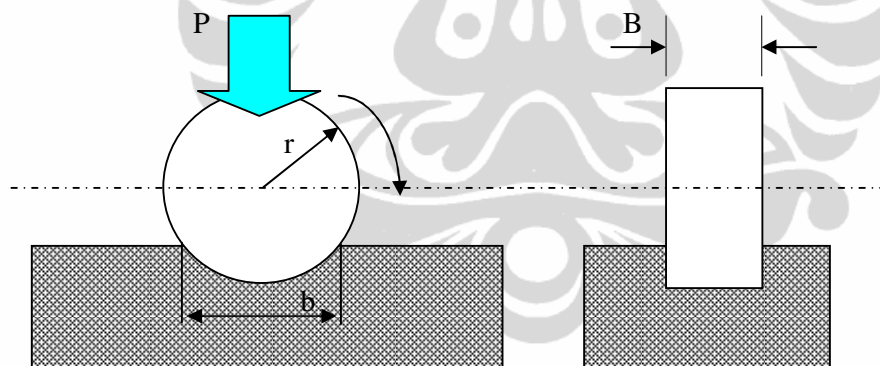


Gambar 3.14. Kurva Tegangan – Regangan^[21]

Pada gambar tersebut memperlihatkan perbedaan kurva tegangan – regangan rekayasa dan sesungguhnya. Kurva tegangan – regangan sesungguhnya lebih tinggi dibanding tegangan – regangan rekayasa karena perubahan luas penampang ketika uji tarik lebih kecil dibanding luas penampang awal. Titik M adalah titik terjadinya penyempitan (*necking*) pada daerah deformasi plastis.

3.6.7 Pengujian Ketahanan Aus (Wear Resistance)

Keausan dapat didefinisikan sebagai kehilangan material secara progresif atau pemindahan sejumlah material dari suatu permukaan sebagai suatu hasil pergerakan relatif antara dua permukaan. Keausan bukan merupakan sifat dasar material, melainkan respon material terhadap sistem luar (kontak permukaan). Pengujian keausan dapat dilakukan dengan berbagai macam metode atau teknik. Salah satunya adalah dengan metode Ogishi, dimana benda uji memperoleh beban gesek dari cincin yang berputar (*revolving disc*). Pembebanan gesek ini akan menghasilkan kontak antar permukaan yang berulang-ulang yang pada akhirnya akan mengambil sebagian material pada permukaan benda uji. Hasil dari pengujian ini akan menghasilkan jejak dengan ukuran tertentu sesuai dengan jenis benda ujinya. Semakin besar dan dalam jejak keausan maka semakin tinggi volume material yang terlepas dari benda uji. Pengujian ini dilakukan di DTMM – FTUI. Ilustrasi skematik dari kontak antara *revolving disc* dan benda uji ditunjukkan pada Gambar 3.15.



Gambar 3.15. Skema prinsip pengujian keausan dengan metode Ogoshi

Dengan B adalah tebal *revolving disc* (mm), r adalah jari-jari disc (mm), b adalah lebar celah (mm), maka dapat diturunkan besarnya volume material yang terabrasi (W) sebagai berikut :

$$W = \frac{Bb^3}{12r} \quad (3.10)$$

Parameter uji keausan adalah jarak luncur, $x = 66$ mm, tebal cincin putar, $B = 3.3$ mm dan jari-jari cincin putar, $r = 29.4$ mm. Jejak yang didapat lalu dilihat di mikroskop optik untuk mengukur lebar celah abrasinya.

Laju keausan (V) dapat ditentukan dengan perbandingan antara volume terabrasi (W) dengan jarak luncur (x) yang didapat pada setting mesin uji. Untuk persamaan leju keausan dapat dituliskan sebagai berikut.

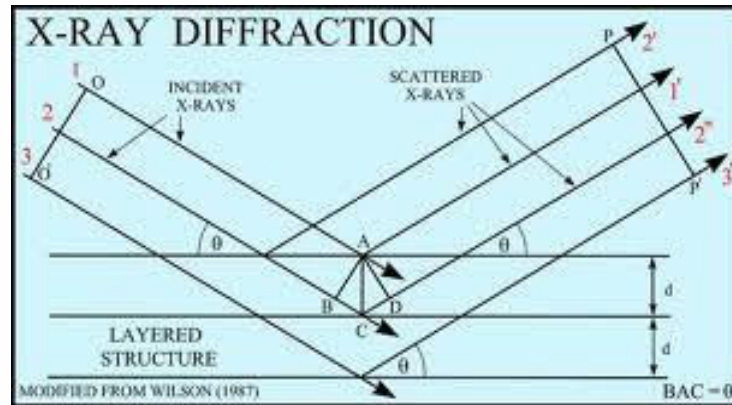
$$V = \frac{W}{x} \quad (3.11)$$

3.6.8 Analisis Difraksi Sinar-X (XRD)

Pada penelitian ini akan ditentukan fasa atau senyawa yang terjadi pada permukaan partikel Al_2O_3 hasil electroless plating dan komposit Al/Al_2O_3 . Pengujian pola difraksi sinar-X akan dilakukan di PTBIN-BATAN.

Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dan akan menunjukkan gejala difraksi bila sinar tersebut jatuh pada benda yang jarak antar atomnya kira-kira sama dengan panjang gelombang. Pada tahun 1912, Laue melakukan percobaan yang didasarkan pada hipotesa yang menyatakan bahwa bila kristal terdiri dari atom yang berjarak secara teratur, maka atom-atom tersebut dapat berfungsi sebagai pusat penghambur untuk sinar-X, bila sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang hampir sama dengan jarak antar atom, maka sinar-X tersebut dapat didifraksi oleh kristal^[33].

Oleh Bragg, percobaan Laue tersebut dikembangkan dan menghasilkan persamaan matematika untuk struktur kristal. Metode difraksi sinar-X merupakan metode paling baik untuk mempelajari struktur kristal karena teknik ini memberikan informasi tentang struktur kristalin. Bila sinar-X menumbuk atom-atom pada kristal, maka sinar x akan didifraksikan, artinya sinar yang sefasa akan diperkuat dan yang tidak sefasa akan saling menghilangkan. Difraksi sinar-X oleh atom-atom dalam kristal dapat ditunjukkan pada Gambar 3.16.



Gambar 3.16. Difraksi pada bidang kristal^[33]

Garis horizontal menggambarkan bidang-bidang dalam kristal yang terpisah oleh jarak (d). Bidang OO' adalah tegak lurus pada berkas masuk dari sinar-X yang monokromatik dan paralel, bidang PP' tegak lurus pada bidang yang dipantulkan. Bila sudut masuk θ dirubah, refleksi hanya akan didapat bila gelombang sefasa pada bidang PP' , artinya bila perbedaan dalam jarak antara bidang OO' dan PP' yang diukur sepanjang sinar yang didifraksi sama dengan kelipatan panjang gelombang, maka diperoleh persamaan sebagai berikut ^[33] :

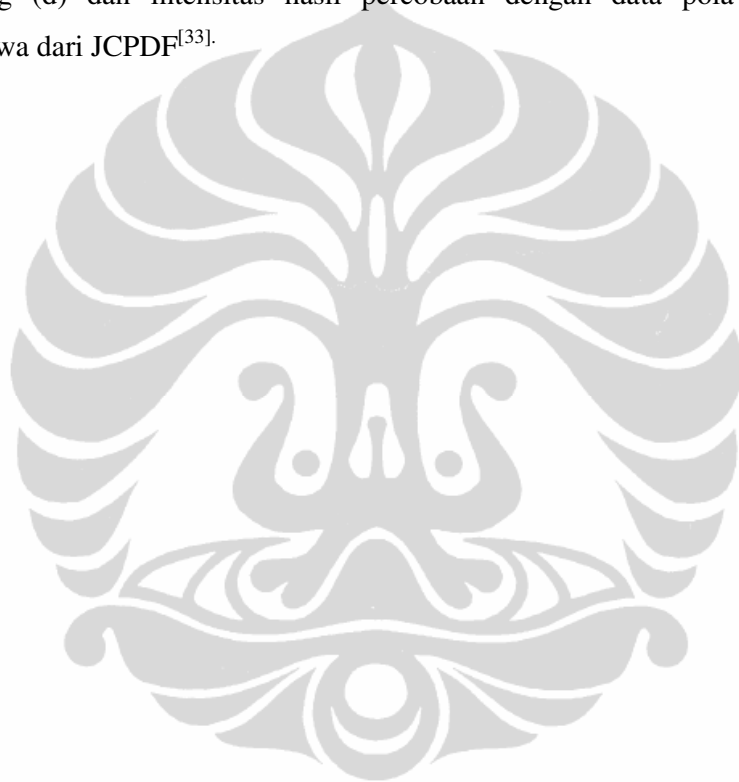
$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (3.12)$$

Persamaan tersebut diatas merupakan hukum Bragg yang memberikan hubungan antara jarak antar bidang dalam kristal dan sudut yang radiasi refleksinya menunjukkan intensitas maksimum untuk panjang gelombang tertentu. Bila λ lebih panjang dari $2d$, maka tidak ada penyelesaian untuk n dan tidak ada difraksi. Refleksi yang sesuai dengan $n=1$ disebut refleksi orde satu, $n=2$ adalah refleksi orde dua dan seterusnya.

Pengukuran sampel dengan menggunakan metode difraksi sinar x menghasilkan pola difraksi yang menginformasikan data berupa : posisi puncak (2θ) dengan satuan derajat, jarak antar bidang (d) dalam satuan angstrom, intensitas dengan satuan Kcps (*kilo count per second*), FWHM (*full width at half maximum*) dalam satuan derajat dan intensitas integrasi (*integrated intensity*) dengan satuan Kcps. Degree.

Setiap zat memiliki pola difraksi yang khas, apakah zat tersebut berada dalam keadaan murni atau merupakan salah satu unsur dari sebuah campuran. Dengan metode ini secara kualitatif dan kuantitatif fasa atau senyawa dalam

material dapat ditentukan. Analisis kualitatif dari fasa/senyawa dapat dilakukan dengan metode Hanawalt. Metode ini didasari pada posisi garis 2θ dan intensitas relative puncak pada pola difraksi. Tetapi karena posisi puncak tergantung dari panjang gelombang yang digunakan, maka besaran yang lebih fundamental adalah jarak antar bidang (d) dari bidang kisi, sehingga Hanawalt kemudian menyusun masing-masing pola difraksi berdasarkan nilai jarak antar bidang dan intensitas dari garis fraksinya. Jadi dengan metode Hanawalt ini hanya mencocokkan jarak antar bidang (d) dan intensitas hasil percobaan dengan data pola difraksi unsur/senyawa dari JCPDF^[33].



BAB 4